

## Lignin tidak larut asam dalam kayu dan pulp

### *Acid-insoluble lignin in wood and pulp*

(T 222 om-15, IDT)





© TAPPI – All rights reserved

© BSN 2017 untuk kepentingan adopsi standar © TAPPI menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **T 222 om-15, Acid-insoluble lignin in wood and pulp**, Copyright TAPPI, 15 Technology Parkway S, Suite 115, Peachtree Corners, GA., USA, pursuant to license with TAPPI. Reprinted by permission of TAPPI."*

*TAPPI has authorized the distribution of this translation of **SNI 8429:2017**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. TAPPI neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by TAPPI shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without TAPPI's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*





## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Ringkasan.....	1
3 Pengertian .....	1
4 Definisi .....	2
5 Peralatan .....	3
6 Pereaksi.....	5
7 Pengambilan contoh .....	5
8 Contoh uji.....	7
9 Prosedur .....	7
10 Perhitungan .....	9
11 Laporan uji.....	9
12 Presisi .....	9
13 Kata kunci .....	9
14 Informasi tambahan.....	11
Bibliografi .....	13



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8429:2017 dengan judul *Lignin tidak larut asam dalam kayu dan pulp* merupakan adopsi identik dari TAPPI T 222 om-15, *Acid-insoluble lignin in wood and pulp*, dengan metode terjemahan dua bahasa (*bilingual*). Standar ini merevisi SNI 0492:2008, *Pulp dan kayu - Cara uji kadar lignin – Metode Klason*. Revisi ini juga dimaksudkan untuk harmonisasi dengan standar internasional yang berlaku.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu TAPPI T 222 om-15.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*).
- b) Peraturan Kepala Badan Standardisasi Nasional Nomor 4 Tahun 2016 tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis, 85–01 Teknologi Kertas dan telah dikonsensuskan di Bogor pada tanggal 15 Juni 2017 sampai dengan 17 Juni 2017 yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, pakar di bidang pulp dan kertas, dan institusi terkait lainnya.

SNI ini juga telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 26 Juli 2017 sampai dengan 24 Agustus 2017 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.



## Lignin tidak larut asam dalam kayu dan pulp

**PERINGATAN** Metode uji ini mencakup peringatan keselamatan yang dipercaya telah sesuai pada saat publikasi metode ini. Tujuannya adalah untuk memperingatkan pengguna metode ini terhadap isu keselamatan yang terkait penggunaan metode ini. Pengguna bertanggung jawab untuk menentukan bahwa peringatan keselamatan telah lengkap dan sesuai untuk penggunaan metode ini, dan untuk memastikan kesesuaian terhadap praktek keselamatan tidak berubah sejak publikasi metode ini. Metode ini memerlukan penggunaan, pembuangan bahan-bahan kimia, atau keduanya, yang dapat membahayakan kesehatan manusia. Prosedur untuk penanganan bahan-bahan tertentu diatur dalam Lembar Data Keselamatan Bahan yang harus disediakan oleh semua pembuat dan importir dari bahan kimia yang berpotensi berbahaya dan dikelola oleh semua distributor dari bahan kimia yang berpotensi berbahaya. Sebelum menggunakan metode ini, pengguna harus menentukan bahan kimia yang digunakan atau dibuang berpotensi berbahaya dan, jika demikian, prosedur yang ditetapkan oleh pembuat maupun otoritas daerah dan pusat harus diikuti secara ketat untuk keamanan penggunaan dan pembuangan bahan kimia tersebut.

### 1 Ruang lingkup

**1.1** Metode ini menjelaskan prosedur yang dapat diterapkan untuk penentuan lignin tidak larut asam dalam kayu dan berbagai jenis pulp belum putih. Dalam pulp semi-putih kadar lignin seharusnya tidak kurang dari 1 % untuk menyediakan lignin dalam jumlah yang cukup, sekitar 20 mg, agar penimbangan akurat. Metode ini tidak berlaku untuk pulp putih, yang hanya mengandung sejumlah kecil lignin.

**1.2** Sejumlah lignin larut dalam larutan asam selama pengujian dan tidak termasuk dalam hasil uji. Dalam kayu daun jarum (kayu konifer) dan pulp sulfat, jumlah lignin larut hanya sedikit, sekitar 0,2 % sampai 0,5 %. Dalam kayu daun lebar (kayu *deciduous*), serat non-kayu, dan pulp sulfit, kandungan lignin larut sekitar 3 % sampai 5 %. Dalam pulp semi-putih, jumlah lignin larut bisa mencapai setengah atau lebih dari total kadar lignin.

**CATATAN 1** Lignin larut asam dapat ditentukan dalam suatu larutan, setelah penyaringan dari lignin tidak larut, menggunakan metode spektrofotometri berdasarkan absorpsi radiasi ultraviolet. Panjang gelombang yang biasa digunakan adalah 205 nm (1).

**1.3** Total kadar lignin dalam pulp dapat diperkirakan cukup mendekati dengan menggunakan metode tidak langsung dan cepat berdasarkan klorinasi lignin (TAPPI T 253 "*Hypo Number of Pulp*" – metode ini ditarik pada tahun 1998) atau oksidasi lignin (TAPPI T 236 "*Kappa Number of Pulp*").

### 2 Ringkasan

Karbohidrat dalam kayu dan pulp dihidrolisis dan dilarutkan dengan asam sulfat; lignin tidak larut asam disaring, dikeringkan, dan ditimbang.

### 3 Pengertian

Kayu mengandung sekitar 20 % sampai 30 % lignin, menghilangkannya menjadi tujuan utama dari proses pembuatan dan pemutihan pulp. Penentuan kadar lignin dalam kayu dan pulp memberikan informasi untuk evaluasi dan penerapan proses. Kekakuan, daya terputihkan, dan sifat pulp lainnya, seperti warna, juga terkait dengan kandungan lignin.

#### Acid-insoluble lignin in wood and pulp



**CAUTION** This Test Method may include safety precautions which are believed to be appropriate at the time of publication of the method. The intent of these is to alert the user of the method to safety issues related to such use. The user is responsible for determining that the safety precautions are complete and are appropriate to their use of the method, and for ensuring that suitable safety practices have not changed since publication of the method. This method may require the use, disposal, or both, of chemicals which may present serious health hazards to humans. Procedures for the handling of such substances are set forth on Material Safety Data Sheets which must be developed by all manufacturers and importers of potentially hazardous chemicals and maintained by all distributors of potentially hazardous chemicals. Prior to the use of this method, the user must determine whether any of the chemicals to be used or disposed of are potentially hazardous and, if so, must follow strictly the procedures specified by both the manufacturer, as well as local, state, and federal authorities for safe use and disposal of these chemicals.

## 1 Scope

**1.1** This method describes a procedure which can be applied to the determination of acid-insoluble lignin in wood and in all grades of unbleached pulps. In semi-bleached pulp the lignin content should not be less than about 1 % to provide a sufficient amount of lignin, about 20 mg, for an accurate weighing. The method is not applicable to bleached pulps containing only small amounts of lignin.

**1.2** Some of the lignin dissolves in acid solution during the test and is not included in the test result. In softwoods (coniferous woods) and in sulfate pulps, the amount of soluble lignin is small, about 0,2 % to 0,5 %. In hardwoods (deciduous woods), non-wood fibers, and in sulfite pulps, the content of soluble lignin is about 3 % to 5 %. In semi-bleached pulps, soluble lignin could amount to about one-half or more of the total lignin content.

**NOTE 1** The acid-soluble lignin can be determined in a solution, after filtering off the insoluble lignin, by a spectrophotometric method based on absorption of ultraviolet radiation. The most often used wavelength is 205 nm (1).

**1.3** The total lignin content in pulps can be estimated fairly closely by rapid, indirect methods based on chlorination of the lignin (TAPPI T 253 "Hypo Number of Pulp" - method withdrawn in 1998) or oxidation of the lignin (TAPPI T 236 "Kappa Number of Pulp").

## 2 Summary of method

The carbohydrates in wood and pulp are hydrolyzed and solubilized by sulfuric acid; the acid-insoluble lignin is filtered off, dried, and weighed.

## 3 Significance

Wood contains from about 20 % to 30 % lignin, removal of which is a main objective of pulping and bleaching processes. Determination of lignin content in wood and pulps provides information for evaluation and application of the processes. Hardness, bleachability, and other pulp properties, such as color, are also associated with the lignin content.

## 4 Definisi



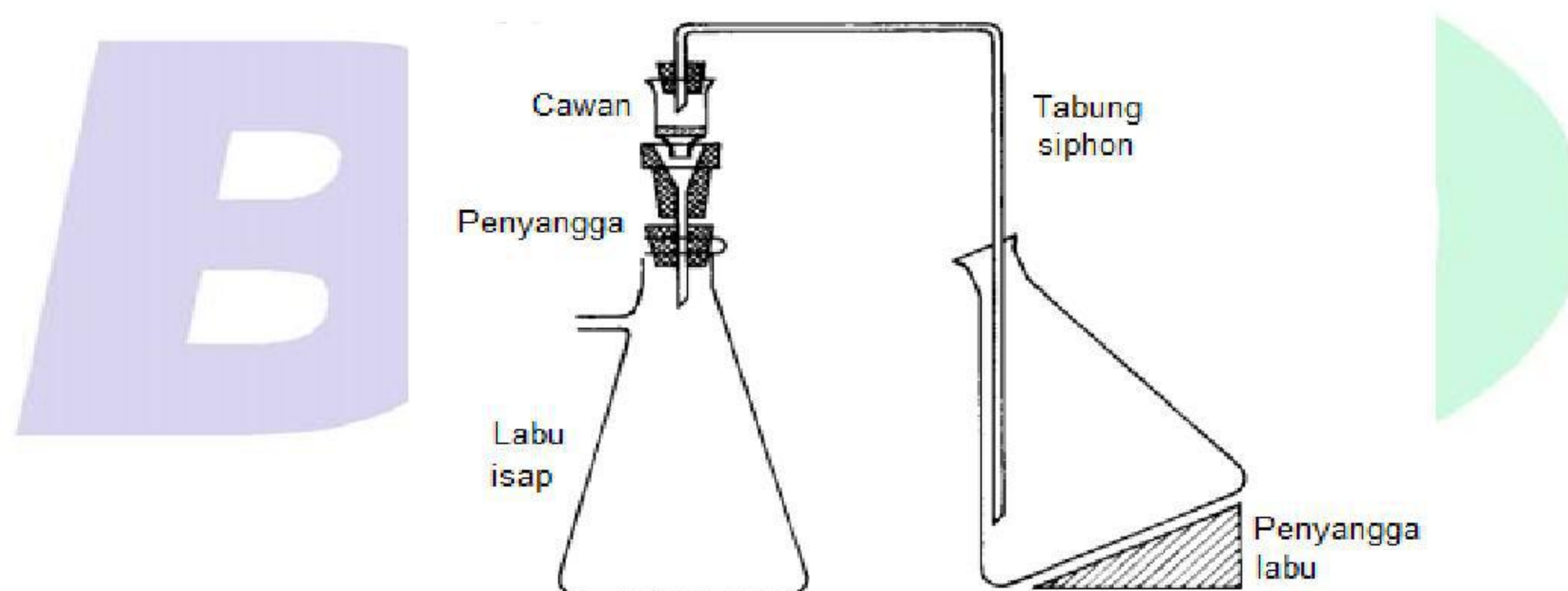
**4.1** Lignin adalah ‘bahan pelindung/pelapis’ yang membentuk bagian dari dinding sel dan lamela tengah kayu. Lignin merupakan zat amorf aromatik yang mengandung fenolik metoksil, hidroksil, dan gugus konstituen lainnya; struktur kimianya belum dijelaskan sepenuhnya.

**4.2** Dalam metode penentuan ini, lignin (juga dikenal sebagai “Klason lignin”) didefinisikan sebagai komponen kayu atau pulp yang tidak larut dalam asam sulfat 72 %.

## 5 Peralatan

**5.1** Perlengkapan penyaringan (Gambar 1), terdiri dari labu isap 2.000 ml, cawan penyaring, sekitar 30 ml, penyangga, dan tabung isap (*siphon*). Jenis lain dari perlengkapan penyaringan juga dapat digunakan.

**CATATAN 2** Berbagai jenis cawan penyaring dapat digunakan, asalkan penyaringan dapat dilakukan dengan cukup cepat dan semua lignin tertahan pada penyaring, menghasilkan filtrat yang jernih. Cawan kaca masir dengan porositas halus (F), atau medium (M) dapat digunakan pada kayu dan pada sebagian besar pulp. Lignin dalam pulp sulfit rendemen rendah membentuk dispersi halus, yang sering menyumbat pori-pori kaca masir dan memperlambat penyaringan. Potongan kertas serat kaca, dipasang di cawan, untuk membantu penyaringan. Alundum atau cawan porselen berpori, dengan alas dari serat kaca, juga dapat digunakan.



**Gambar 1 – Perlengkapan penyaringan lignin**

**5.1.1** Keringkan cawan penyaring dalam oven pada  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$  selama 2 jam, dinginkan, dan timbang sebelum digunakan.

**5.2** Bak perendam dengan suhu konstan, untuk mempertahankan suhu  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

**5.3** Labu, Erlenmeyer, 1.000 ml, diberi tanda pada volume 575 ml (untuk contoh uji kayu); dan 2.000 ml, diberi tanda pada volume 1.540 ml (untuk contoh uji pulp).

**5.4** Pendingin balik (opsional), untuk dipasang pada labu. Jika digunakan, labu dan pendingin harus dilengkapi dengan penghubung kaca asah. Jika penghubung kaca asah tidak ada, penghubung karet dapat digunakan.

**5.5** Oven, tipe sirkulasi paksa, dipertahankan pada  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ .

**5.6** Plat pemanas, listrik.

## 4 Definitions



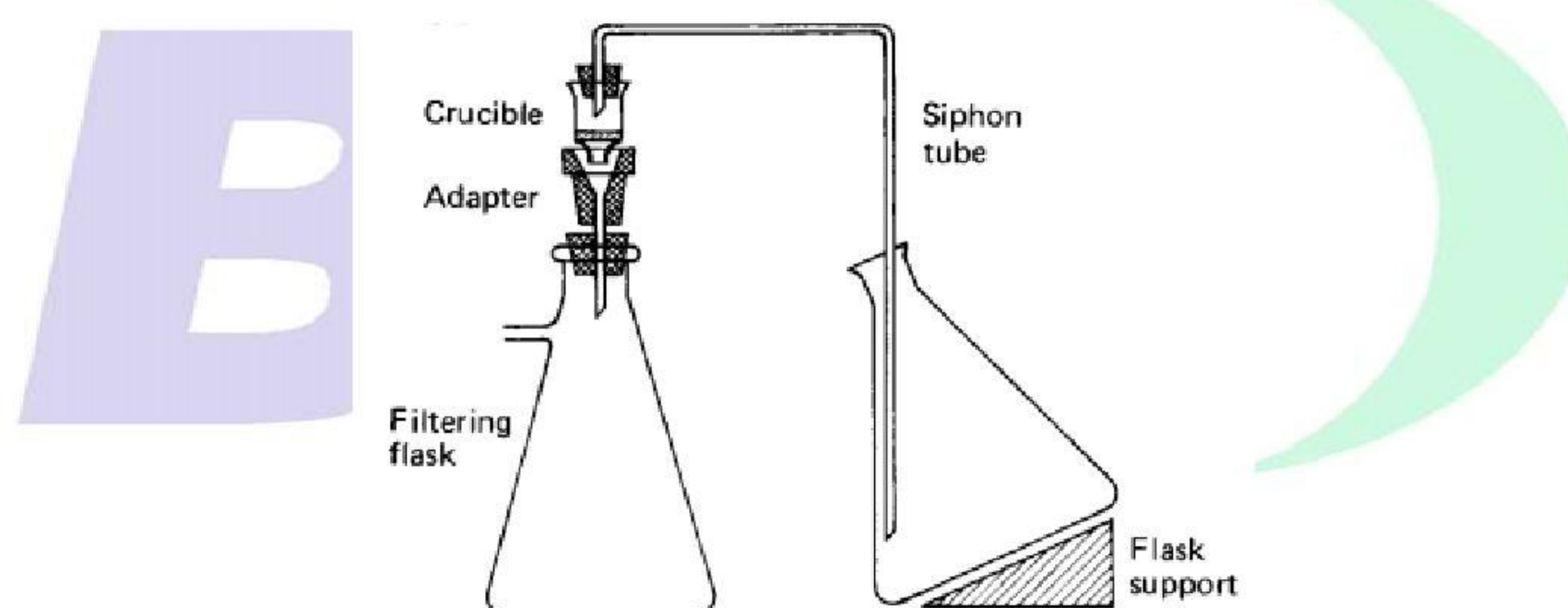
**4.1** Lignin represents what is called the “incrusting material” forming a part of the cell wall and middle lamella in wood. It is an aromatic, amorphous substance containing phenolic methoxyl, hydroxyl, and other constituent groups; its chemical structure has not been fully elucidated.

**4.2** In this method of determination, lignin (also known as “Klason lignin”) is defined as a wood or pulp constituent insoluble in 72 % sulfuric acid.

## 5 Apparatus

**5.1** Filtration apparatus (Fig. 1), consisting of a filtering flask, 2.000 ml, a filtering crucible, about 30 ml, an adapter, and a siphon tube. Other types of filtration apparatus may also be used.

**NOTE 2** Various types of filtering crucibles can be used, provided that the filtration is reasonably fast and all of the lignin is retained on the filter, resulting in a clear filtrate. Glass filtering crucibles with a sintered glass disc of a fine (*F*), or medium (*M*) porosity can be used on wood and on most of the pulps. Lignin in low-yield sulfite pulps forms a fine dispersion, which often clogs the pores of the sintered glass discs and slows the filtration. A disc of a glass fiber paper, fitted in the crucible, facilitates the filtration. Alundum or porous porcelain crucibles, with a mat of glass fibers, may also be used.



**Fig. 1. Lignin filtration apparatus**

**5.1.1** Dry the filtering crucibles in an oven at  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$  for about 2 h, cool, and weigh before use.

**5.2** Constant temperature bath, to maintain a temperature of  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

**5.3** Flasks, Erlenmeyer, 1.000 ml, with a mark added at 575 ml volume (for wood specimens); and 2.000 ml, with a mark added at 1.540 ml volume (for pulp specimens).

**5.4** Reflux condenser (optional), to be attached to the flask. If used, flasks and condenser should be equipped with ground glass connectors. If ground glass connectors are not available, a rubber stopper may be used.

**5.5** Drying oven, forced circulation type, maintained at  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ .

**5.6** Hot plate, electric.

**5.7** Wiley mill, dengan saringan 10 mesh atau 20 mesh, atau blender jenis Waring.



5.8 Alat gelas lain: buret, 50 ml; gelas kimia, 100 ml; batang pengaduk.

## 6 Perekasi

6.1 Asam sulfat, larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  72 %, ( $24 \pm 0,1$ ) N, bj 1,6338 pada 20 °C/4 °C, dibuat sebagai berikut:

6.1.1 Tuangkan dengan hati-hati 665 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (95,5 % sampai 96,5 %, bj 1,84) ke dalam 300 ml air, dan setelah dingin, tambahkan hingga 1.000 ml. Atur konsentrasi hingga ( $24 \pm 0,1$ ) N dengan titrasi menggunakan larutan standar alkali, atau dengan mengukur berat jenis. Variasi 0,1 % dalam kepekatan asam pada konsentrasi ini menyebabkan perubahan berat jenis sebesar 0,0012.

6.1.2 Dinginkan larutan asam dalam lemari es atau di bawah aliran air untuk mencapai suhu 10 °C sampai 15 °C sebelum digunakan.

6.2 Campuran etanol-benzena. Campurkan satu bagian etanol 95 % dan dua bagian benzena pro analisis.

6.3 Informasi keselamatan.

6.3.1 Benzena teridentifikasi sebagai zat berbahaya dan karsinogen (dalam paparan jangka panjang). Ini harus ditangani dengan hati-hati menggunakan ventilasi yang baik dalam lemari asam yang sesuai.

6.3.2 Asam sulfat bersifat korosif dan dapat menyebabkan luka bakar pada kulit. Selalu harus hati-hati saat menuangkan ke dalam air untuk mencegah percikan.

## 7 Pengambilan contoh

7.1 Dapatkan contoh kayu sesuai dengan TAPPI T 257 "*Sampling and Preparing Wood for Analysis*" dan siapkan sekitar 5 g kayu bebas ekstraktif sesuai dengan TAPPI T 264 "*Preparation of Wood for Chemical Analysis*."

7.2 Untuk pulp dapatkan contoh setara dengan sekitar 10 g berat kering oven, sesuai dengan prosedur pengambilan contoh yang telah ditentukan. Jika pulp basah, keringkan di udara atau di dalam oven pada suhu 60 °C atau kurang.

7.2.1 Disintegrasi pulp dalam blender atau alat giling untuk lolos saringan 10 mesh atau 20 mesh. Pulp yang tidak mengandung serat kasar atau *shives* dan yang dapat tersebar dalam asam sulfat dengan mudah dapat digunakan tanpa disintegrasi sebelumnya.

7.2.2 Ekstrak kayuasah (*groundwood*) dan pulp dengan rendemen tinggi yang mengandung sejumlah besar resin dengan etanol-benzena sesuai dengan TAPPI T 204 "*Solvent Extractives of Wood and Pulp*." Cuci dengan etanol dan air panas dan keringkan langsung di udara terbuka atau dalam oven dengan suhu 60 °C atau kurang.

**CATATAN 3** Resin, jika dibiarkan ada dalam pulp, tetap tidak larut dalam asam dan akan ditimbang sebagai lignin

5.7 Wiley mill, with a 10 mesh or 20 mesh screen, or a Waring-type blender.



5.8 Other glassware: buret, 50 ml; beakers, 100 ml; glass stirring rods.

## 6 Reagents

6.1 Sulfuric acid, 72 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$  solution,  $(24 \pm 0.1) N$ , sp gr 1,6338 at  $20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}$ , prepared as follows:

6.1.1 Carefully pour 665 ml of concentrated  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (95,5 % to 96,5 %, sp gr 1,84) into 300 ml of water, and after cooling, make up to 1.000 ml. Adjust the strength to  $(24 \pm 0,1) N$  by titration with a standard alkali, or by measuring specific gravity. A variation of 0,1 % in the strength of acid at this concentration causes a change of 0,0012 in specific gravity.

6.1.2 Cool the acid solution in a refrigerator or under tap water to  $10^\circ\text{C}$  to  $15^\circ\text{C}$  before use.

6.2 Ethanol-benzene mixture. Mix one volume of approximately 95 % ethanol and two volumes of C.P. benzene.

6.3 Safety information.

6.3.1 Benzene has been identified as a hazardous substance and a confirmed carcinogen (long-term exposure). It must be handled carefully using proper ventilation in an approved fume hood.

6.3.2 Sulfuric acid is corrosive and can cause burns to the skin. It must always be cautiously added to water to prevent splashing.

## 7 Sampling

7.1 Obtain a sample of wood in accordance with TAPPI T 257 "Sampling and Preparing Wood for Analysis" and prepare about 5 g of extractive-free wood in accordance with TAPPI T 264 "Preparation of Wood for Chemical Analysis."

7.2 For pulp obtain a sample equivalent to about 10 g oven-dry, in accordance with a predetermined sampling procedure. If the pulp is wet, dry it in air or in an oven at  $60^\circ\text{C}$  or less.

7.2.1 Disintegrate the pulp in a blender or grind in a mill to pass a 10 mesh or 20 mesh screen. Pulps which do not contain coarse fibers or shives and which can be dispersed in sulfuric acid readily could be used without prior disintegration.

7.2.2 Extract groundwood and high-yield pulps containing a significant amount of resins with ethanol-benzene in accordance with TAPPI T 204 "Solvent Extractives of Wood and Pulp." Wash with ethanol and hot water and dry thoroughly in air or in an oven at  $60^\circ\text{C}$  or less.

**NOTE 3** Resins, if allowed to remain in pulp, remain insoluble in acid and would be weighed as lignin.



## 8 Contoh uji

**8.1** Kondisikan contoh hingga mencapai kesetimbangan kelembapan dengan lingkungan dekat neraca, dan timbang dua contoh uji dengan ketelitian 0,1 mg sebagai berikut: untuk kayu,  $(1,0 \pm 0,1)$  g; untuk pulp,  $(2,0 \pm 0,1)$  g, setara dengan berat kering oven. Tempatkan contoh uji di gelas kimia 100 ml.

**CATATAN 4** Kayuasah (*groundwood*) dan pulp dengan rendemen sangat tinggi, dengan kandungan lignin tinggi, dapat dianggap sama dengan kayu dan beratnya sama, 1 g, dan prosedur yang sama seperti pada contoh uji kayu dapat diterapkan.

**8.2** Pada saat yang sama timbang contoh uji lain untuk penentuan kadar air.

## 9 Prosedur

**9.1** Tambahkan asam sulfat 72 % ke gelas kimia yang berisi contoh uji dingin ( $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  sampai  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), 15 ml untuk kayu dan 40 ml untuk contoh uji pulp. Tambahkan asam secara bertahap sedikit demi sedikit sambil diaduk dan maserasi dengan batang pengaduk. Simpan gelas kimia di bak perendam pada suhu  $(2 \pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama pendispersian bahan.

**CATATAN 5** Beberapa pulp tidak menyerap asam dan tidak mudah terdispersi. Dalam kasus tersebut, tempatkan gelas kimia setelah penambahan asam dalam desikator vakum selama beberapa menit untuk mempermudah pembasahan dan pendispersian.

**9.2** Setelah contoh uji terdispersi, tutup gelas kimia dengan kaca arloji dan simpan di bak perendam pada suhu  $(20 \pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Aduk berulang kali untuk memastikan campuran homogen.

**9.3** Tambahkan sekitar 300 ml sampai 400 ml air ke dalam labu (lihat 5.3) dan pindahkan bahan dari gelas kimia ke labu. Bilas dan encerkan dengan air hingga konsentrasi asam sulfat 3 %, dengan total volume 575 ml untuk kayu, dan 1.540 ml untuk pulp.

**9.4** Didihkan larutan selama 4 jam, jaga supaya volume larutan tetap dengan menggunakan pendingin balik atau dengan penambahan air panas berulang kali.

**CATATAN 6** Jangan gunakan pendingin balik jika lignin larut asam juga akan ditentukan dalam larutan.

**9.5** Biarkan bahan tidak larut (lignin) mengendap, jaga supaya labu dalam posisi miring. Jika lignin sudah terdispersi sempurna, diperlukan waktu "semalaman" atau waktu yang lebih lama untuk mengendapkan.

**9.6** Tanpa mengaduk endapan, dekantasikan larutan ke dalam cawan penyaring (lihat Catatan 7). Kemudian pindahkan lignin secara kuantitatif, menggunakan air panas dan batang pengaduk *policeman*.

**CATATAN 7** Jika diperlukan, ambil sebagian dari filtrat sebelum pengenceran dengan air, untuk penentuan lignin larut asam dengan menggunakan metode yang sesuai dari literatur.

**9.7** Cuci lignin hingga bebas asam dengan air panas.

**9.8** Keringkan cawan berisi lignin dalam oven pada suhu  $(105 \pm 3)\text{ }^{\circ}\text{C}$  sampai berat konstan. Dinginkan dalam desikator dan timbang.



## 8 Test specimens

**8.1** Allow the sample to reach moisture equilibrium in the atmosphere near the balance, and weigh out two test specimens to the nearest 0,1 mg as follows: for wood,  $(1,0 \pm 0,1)$  g; for pulp,  $(2,0 \pm 0,1)$  g, equivalent to oven-dry weight. Place the test specimens in 100-ml beakers.

**NOTE 4** Groundwood and very-high-yield pulps, with their high lignin content, may be regarded as being the same as wood and the same weight, 1 g, and the same procedure as on wood specimens can be applied.

**8.2** At the same time weigh another specimen for moisture determination.

## 9 Procedure

**9.1** Add to the beakers containing the test specimens cold ( $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 72 % sulfuric acid, 15,0 ml for a wood and 40,0 ml for a pulp specimen. Add the acid gradually in small increments while stirring and macerating the material with a glass rod. Keep the beaker in a bath at  $(2 \pm 1)^{\circ}\text{C}$  during dispersion of the material.

**NOTE 5** Some pulps do not absorb the acid and therefore do not disperse readily. In such cases, place the beaker after addition of the acid in a vacuum desiccator for a few minutes to facilitate wetting and dispersion.

**9.2** After the specimen is dispersed, cover the beaker with a watch glass and keep it in a bath at  $(20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$  for 2 h. Stir the material frequently during this time to ensure complete solution.

**9.3** Add about 300 ml to 400 ml of water to a flask (see 5.3) and transfer the material from the beaker to the flask. Rinse and dilute with water to 3 % concentration of sulfuric acid, to a total volume of 575 ml for wood, and to 1.540 ml for pulps.

**9.4** Boil the solution for 4 h, maintaining constant volume either by using a reflux condenser or by frequent addition of hot water.

**NOTE 6** Do not use a reflux condenser if the acid-soluble lignin is being determined in the solution.

**9.5** Allow the insoluble material (lignin) to settle, keeping the flask in an inclined position. If the lignin is finely dispersed, it may require an "overnight" or a longer period to settle.

**9.6** Without stirring up the precipitate, decant or siphon off the supernatant solution through a filtering crucible (see Note 7). Then transfer the lignin quantitatively to the filter, using hot water and a rod with rubber policeman.

**NOTE 7** If required, take a portion of the filtrate before dilution with water, for determination of the acid-soluble lignin using appropriate method from the literature.

**9.7** Wash the lignin free of acid with hot water.

**9.8** Dry the crucible with lignin in an oven at  $(105 \pm 3)^{\circ}\text{C}$  to constant weight. Cool in a desiccator and weigh.



**9.9** Jika koreksi terhadap abu dalam lignin diperlukan, pindahkan lignin ke dalam cawan platina atau cawan porselen kecil dan lanjutkan sesuai dengan TAPPI T 211 " *Ash in Wood and Pulp.*"

**CATATAN 8** Lignin dapat juga diabukan secara langsung di porselen atau cawan penyaring alundum yang telah dipijarkan sampai berat konstan sebelum penyaringan. Cawan penyaring kaca tidak dapat digunakan untuk pengabuan.

## 10 Perhitungan

Untuk tiap penentuan, hitung kadar lignin dalam contoh uji sebagai berikut:

$$\text{Lignin, \%} = A \ 100 / W$$

**keterangan:**

A adalah berat lignin, g  
W adalah berat contoh uji kering oven, g

## 11 Laporan uji

Laporkan persentase kadar lignin sebagai rata-rata dari dua kali penentuan, sampai 0,1 % terdekat.

## 12 Presisi

**12.1** Data presisi diringkas dalam Tabel 1, *repeatability* dan *reproducibility* yang diperoleh dari kayu dan pulp dengan kadar lignin yang berbeda ditampilkan.

**Tabel 1 - Data presisi**

Bahan	Kadar lignin, %	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
Kayu	Dari 19 sampai 30	0,34	0,79
Pulp sulfat	Dari 2,6 sampai 19,1	0,17	0,45
Pulp sulfit	Dari 6,5 sampai 28,0	0,48	1,04

**12.2** *Comparability* (antar bahan) tidak diketahui.

**12.3** Data pada *repeatability* dan *reproducibility* sesuai dengan definisi yang tercantum dalam TAPPI T 1200 " *Interlaboratory Evaluation of Test Methods to Determine TAPPI Repeatability and Reproducibility.*"

**12.4** Data ini diperoleh berdasarkan perbandingan interlaboratorium yang dilakukan pada sembilan laboratorium dengan enam contoh kayu dan sepuluh contoh pulp (6 pulp sulfat dan 4 pulp sulfit). Ditemukan bahwa presisi uji lignin, baik di dalam dan antara laboratorium, terutama tergantung pada jenis bahan, tetapi konstan sepanjang rentang kadar lignin.

## 13 Kata kunci

Lignin, Tidak larut asam, Kayu, Pulp



**9.9** If a correction for ash in lignin is desired, transfer the lignin to a small platinum or porcelain crucible and proceed in accordance with TAPPI T 211 "Ash in Wood and Pulp."

**NOTE 8** Lignin may be ashed also directly in porcelain or alundum filtering crucibles that have been ignited to a constant weight before filtering. Glass crucibles cannot be used for ashing.

## 10 Calculation

For each determination, calculate the lignin content in the test specimen as follows:

$$\text{Lignin, \%} = A \ 100 / W$$

where:

$A$  = weight of lignin, g

$W$  = oven-dry weight of test specimen, g

## 11 Report

Report the lignin content as the average of two determinations, to the nearest 0,1%.

## 12 Precision

**12.1** The data on precision are summarized in Table 1, where the repeatability and reproducibility obtained on wood and on pulps with different lignin content are shown.

**Table 1 - Precision data**

Material	Lignin content, %	Repeatability	Reproducibility
Wood	From 19 to 30	0,34	0,79
Sulfate pulps	From 2,6 to 19,1	0,17	0,45
Sulfite pulps	From 6,5 to 28,0	0,48	1,04

**12.2** Comparability (between materials) is not known.

**12.3** The data on repeatability and reproducibility are in accordance with the definition of these terms in TAPPI T 1200 "Interlaboratory Evaluation of Test Methods to Determine TAPPI Repeatability and Reproducibility."

**12.4** These dates were obtained in an interlaboratory study conducted by nine laboratories on 6 wood and 10 pulp samples (6 sulfate and 4 sulfite pulps). It was found that the precision of the lignin test, both within and between laboratories, depends mainly on the type of the material but is approximately constant throughout the range of lignin content.

## 13 Keywords

Lignin, Acid insolubles, Wood, Pulp



## 14 Informasi tambahan

14.1 Tanggal efektif terbit: 20 Oktober 2015.

14.2 Metode terkait: ASTM D 1106; PAPTAC G.8 dan G.9; Australia dan New Zealand AS/NZS P 11.





## 14 Additional information

**14.1** Effective date of issue: October 20, 2015.

**14.2** Related methods: ASTM D 1106; PAPTAC G.8 and G.9; Australian and New Zealand AS/NZS P 11.





## Bibliografi

Schoening, A. G., and Johansson, G., "Absorptiometric Determination of Acid-Soluble Lignin in Semichemical Bisulfite Pulps and in Some Woods and Plants," *Svensk Papperstid* 68 (18): 607 (1965).











## Informasi pendukung terkait perumus standar

- [1] **Komtek/Sub Komtek perumus SNI**  
Komite Teknis 85-01, Teknologi Kertas
- [2] **Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI**
  - Ketua : Ir. Edy Sutopo, M.Si.
  - Sekretaris : Miranti Rahayu, S.T.P
  - Anggota : Ir. Emil Satria, M.Si.  
Arif Usman, S.TP, MT  
Dr. Gatot Ibnusantosa  
Nina Elyani  
Ir. Heronimus Judi Tjahjono, MT  
Dharmawan  
Dra. Susi Sugesty  
Uu Wahyudin  
Ir. Lily Sutjiati Tunggal  
Dian SR Kusumastuti, S.Hut, M.Si.  
Dra. Liana Bratasida, M.Si.
- [3] **Konseptor rancangan SNI**  
Balai Besar Pulp dan Kertas
- [4] **Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI**  
Pusat Standardisasi Industri - Badan Penelitian dan Pengembangan Industri  
Kementerian Perindustrian